

This Page Is Inserted by IFW Operations
and is not a part of the Official Record

BEST AVAILABLE IMAGES

Defective images within this document are accurate representations of the original documents submitted by the applicant.

Defects in the images may include (but are not limited to):

- BLACK BORDERS
- TEXT CUT OFF AT TOP, BOTTOM OR SIDES
- FADED TEXT
- ILLEGIBLE TEXT
- SKEWED/SLANTED IMAGES
- COLORED PHOTOS
- BLACK OR VERY BLACK AND WHITE DARK PHOTOS
- GRAY SCALE DOCUMENTS

IMAGES ARE BEST AVAILABLE COPY.

**As rescanning documents *will not* correct images,
please do not report the images to the
Image Problem Mailbox.**

THIS PAGE BLANK (USPTO)

PCT/JP 99/04511

30.09.99

日本国特許庁

PATENT OFFICE
JAPANESE GOVERNMENT

JP99/4511

REC'D 22 NOV 1999

AIPO PCT

別紙添付の書類に記載されている事項は下記の出願書類に記載されている事項と同一であることを証明する。

This is to certify that the annexed is a true copy of the following application as filed with this Office.

出願年月日
Date of Application:

1998年 8月24日

出願番号
Application Number:

平成10年特許願第237187号

出願人
Applicant(s):

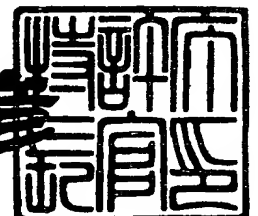
大日本インキ化学工業株式会社

**PRIORITY
DOCUMENT**
SUBMITTED OR TRANSMITTED IN
COMPLIANCE WITH RULE 17.1(a) OR (b)

1999年11月 5日

特許庁長官
Commissioner,
Patent Office

近藤 隆彦



出証番号 出証特平11-3075736

【書類名】 特許願
【整理番号】 30IM98039
【あて先】 特許庁長官殿
【国際特許分類】 C07C 13/38
C09K 19/32
【発明の名称】 フェニルデカヒドロナフタレン誘導体
【請求項の数】 7

【発明者】

【住所又は居所】 千葉県佐倉市春路 2-23-16

【氏名】 竹原 貞夫

【発明者】

【住所又は居所】 東京都大田区多摩川 1-22-12

【氏名】 根岸 真

【発明者】

【住所又は居所】 東京都東大和市仲原 3-6-27

【氏名】 高津 晴義

【発明者】

【住所又は居所】 ドイツ連邦共和国 ベルリン市 ライヒハルト・ストラ
ーセ 13 D-14195

【氏名】 ゲルワルド・エフ・グラエ

【発明者】

【住所又は居所】 ドイツ連邦共和国 ベルリン市 ペットカッサー・スト
ラーセ 16A 12307

【氏名】 ライナーブルーノ・フリングス

【発明者】

【住所又は居所】 ドイツ連邦共和国 ベルリン市 ヒルシュホーナーウェ
グ 28 14163

【氏名】 コルネリア・ピッツァート

【特許出願人】

【識別番号】 000002886

【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社

【代理人】

【識別番号】 100088764

【弁理士】

【氏名又は名称】 高橋 勝利

【電話番号】 03-5203-7754

【手数料の表示】

【予納台帳番号】 008257

【納付金額】 21,000円

【提出物件の目録】

【物件名】 明細書 1

【物件名】 要約書 1

【包括委任状番号】 9700878

【プルーフの要否】 要

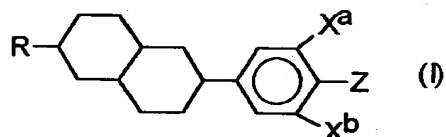
【書類名】 明細書

【発明の名称】 フェニルデカヒドロナフタレン誘導体

【特許請求の範囲】

【請求項 1】 一般式 (I)

【化 1】



(式中、Rは炭素原子数1～18のアルキル基又はアルコキシルアルキル基を表し、 X^a 及び X^b はそれぞれ独立的に水素原子又はフッ素原子を表し、Zは水素原子、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子又は少なくとも1個のフッ素原子により置換された炭素原子数1～12のアルキル基、アルコキシル基、アルケニル基あるいはアルケニルオキシ基を表す。デカヒドロナフタレン環はトランス形であり、その2，6-位はトランス配置である。)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

【請求項 2】 Zがフッ素原子、塩素原子、トリフルオロメトキシ基又はジフルオロメトキシ基を表すところの請求項1記載の一般式(I)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

【請求項 3】 X^a 及び X^b のうち、少なくとも1個がフッ素原子であるところの請求項1又は2記載の一般式(I)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

【請求項 4】 Zがフッ素原子であるところの特徴とする請求項1、2又は3記載のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

【請求項 5】 Rが炭素原子数2～7の直鎖状アルキル基を表すところの請求項1、2、3又は4記載のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

【請求項 6】 請求項1、2、3、4又は5記載の一般式(I)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体を含む液晶組成物。

【請求項 7】 請求項6記載の液晶組成物を構成要素とする液晶素子。

【発明の詳細な説明】

【0001】

【発明の属する技術分野】

本発明は新規液晶性化合物である、フェニルデカヒドロナフタレン誘導体、これを含む液晶組成物及びこれを構成要素とする液晶素子に関する。これらは電気光学的液晶表示用、特に温度範囲が広く、低電圧駆動が可能であり、アクティブマトリックス駆動用としても使用できるネマチック液晶材料として有用である。

【0002】

【従来の技術】

液晶表示素子は、時計、電卓をはじめとして、各種測定機器、自動車用パネル、ワードプロセッサ、電子手帳、プリンター、コンピューター、テレビ等に用いられるようになっている。液晶表示方式としては、その代表的なものにTN（捩れネマチック）型、STN（超捩れネマチック）型、DS（動的散乱）型、GH（ゲスト・ホスト）型あるいはFLC（強誘電性液晶）等があり、また駆動方式としても従来のスタティック駆動からマルチプレックス駆動が一般的になり、さらに単純マトリックス方式、最近ではアクティブマトリックス方式が実用化されている。

【0003】

これらの表示方式や駆動方式に応じて、液晶材料としても種々の特性が要求されている。中でも温度範囲が広いことはほとんどの場合に共通して非常に重要であるが、これにはネマチック相上限温度（ T_{N-I} ）が充分高いことと、融点（ T_{C-N} ）あるいはスメクチック-ネマチック転移温度（ T_{S-N} ）が充分低いことを含んでいる。

【0004】

また、駆動電圧が充分低いことも多くの場合に共通して重要な特性であり、そのためには閾値電圧（ V_{th} ）が低い必要がある。

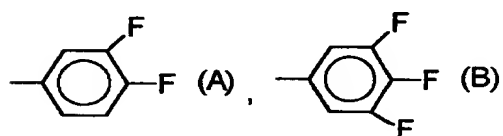
【0005】

一方、上述のアクティブマトリックス駆動においては液晶材料の電圧保持率が非常に高くなければならないという制約がある。一般に、閾値電圧は誘電率異方

性 ($\Delta \epsilon$) の平方根に逆比例するため、閾値電圧を低減するためには極性の基を液晶分子の長軸方向に導入してその誘電率異方性を増大させる必要がある。しかしながらアクティブマトリックス駆動用の液晶材料においては、上記の制約のために、極性基としてシアノ基やエステル結合等通常閾値電圧の低下に大きい効果のある基を用いることができず、フッ素原子やトリフルオロメトキシ基等の限られたフッ素系の基が用いられているにすぎない。ただし、誘電率異方性増大に対するフッ素原子導入の効果は例えば前述のシアノ基と比較するとかなり小さい。従って、液晶分子の誘電率異方性を充分増大させ、閾値電圧を低減させるためには、分子中に 2 個以上のフッ素原子を同方向に導入する必要がある。こうした理由から、アクティブマトリックス駆動用の液晶材料として現在汎用されているのは 3,4-ジフルオロフェニル基(A)及び 3,4,5-トリフルオロフェニル基(B)

【0006】

【化 2】



を分子中に有する液晶化合物が主である。

【0007】

ところで、これらのフッ素系液晶化合物にも大きな問題点が存在する。その第一は液晶性が低いことである。通常の液晶材料には 2 環性、3 環性及び 4 環性の液晶性化合物が用いられるが、こうしたフッ素系化合物はその低い液晶性のため、最も低粘性で高速応答に適した 2 環性の化合物は少量しか用いることができない。そのため、3 環性の化合物が主に使用されるが、低電圧化のために誘電率異方性が大きい 3,4,5-トリフルオロフェニル基(B)を含有する 3 環性液晶化合物を添加すると、液晶材料の応答性に悪影響を与える場合が多い。

【0008】

第二の問題点は相溶性が悪くその混合によってネマチック相を低温域まで拡大させることが容易でないことである。液晶材料においては通常、液晶化合物を多数混合（ブレンド）することによりその融点を降下させ、低温域まで安定にネマ

チック相を存在させることを可能としている。しかしながら、こうしたフッ素系の液晶ではその混合による融点の降下は比較的小さく、従って組成物の融点を十分に低下させるためには異種骨格からなる非常に多数の液晶化合物を混合させる必要があるのが実情である。そのために、組成物の調製には非常な手間がかかり、高コスト化が避けられなかった。

【0009】

こうしたことから、アクティブマトリックス駆動用として使用可能なフッ素系液晶化合物として、より液晶性に優れ、かつ相溶性に優れて混合により低温域温度範囲の拡大がより容易であるような液晶化合物が求められている。

【0010】

一般に、液晶化合物は構造的に中心骨格（コア）部分と側方基（側鎖及び極性基）から形成されており、そのコア部分を構成する環構造としては、1,4-フェニレン基（フッ素置換されていてもよい）やトランス-1,4-シクロヘキシレン基をはじめとして、ピリジン-2,5-ジイル基やピリミジン-2,5-ジイル基等の複素芳香環、ジオキサン-トランス-1,4-ジイル基やピペリジン-1,4-ジイル基等の飽和複素環等、既に多くのものが知られている。しかしながら、アクティブマトリックス駆動用としては、前述の制約から1,4-フェニレン基（フッ素置換されていてもよい）とトランス-1,4-シクロヘキシレン基にほぼ限定されているのが実情である。

【0011】

ところで、このトランス-1,4-シクロヘキシレン基をトランス-2,6-トランスデカヒドロナフチレン基に変換することにより液晶性が向上することは知られている。しかも、トランス-2,6-トランスデカヒドロナフチレン基には酸素原子や窒素原子といったヘテロ原子が含まれないため、この変換により電圧保持率が低下することもない。従って、トランス-2,6-トランスデカヒドロナフチレン基を有するフッ素系液晶化合物は温度範囲の広いアクティブマトリックス駆動用液晶材料として使用可能と考えられるわけであるが、そのような液晶化合物はこれまで全く知られていないのが実情である。

【0012】

従って、フッ素系のトランス-2,6-トランスデカヒドロナフチレン骨格を有する液晶化合物であって、よりネマチック液晶性に優れ、アクティブマトリックス駆動用としてもより適した液晶性化合物が求められている。

【0013】

尚、特表平 4-501575 号公報に記載された発明の一般式は、広義に解釈するならば、本発明の一般式 (I) で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体を包含しうるものである。しかしながら、当該明細書には、本発明の一般式 (I) のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体に相当する化合物を実際に合成した例はなく、また、これを用いた液晶組成物についても一切例示されていない。更には、当該明細書には数種の合成例が示されているが、これらの例から本発明に関わる一般式 (I) のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体を合成することはできず、また、これらの例によって本発明に関わる一般式 (I) のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体の合成が示唆されるものでもない。

【0014】

【発明が解決しようとする課題】

本発明が解決しようとする課題は、以上の目的に応じるため、対応する 2 環性のシクロヘキサン誘導体と比較してネマチック液晶性に優れ、3 環性のシクロヘキサン誘導体よりも応答性、相溶性に優れたフッ素系のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体である液晶性化合物を提供し、さらにこれを用いて、広いネマチック相温度範囲と低電圧駆動性を有し、かつアクティブマトリックス駆動用としても使用可能な液晶組成物を提供することにある。

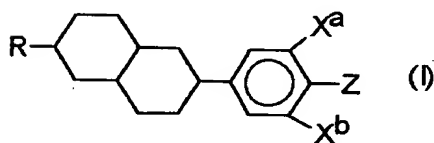
【0015】

【課題を解決するための手段】

本発明は上記課題を解決するために、

1. 一般式 (I)

【化 3】



(式中、Rは炭素原子数1～18のアルキル基又はアルコキシルアルキル基を表し、 X^a 及び X^b はそれぞれ独立的に水素原子又はフッ素原子を表し、Zは水素原子、フッ素原子、塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子又は少なくとも1個のフッ素原子により置換された炭素原子数1～12のアルキル基、アルコキシル基、アルケニル基あるいはアルケニルオキシ基を表す。デカヒドロナフタレン環はトランス形であり、その2，6-位はトランス配置である。)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

2. Zがフッ素原子、塩素原子、トリフルオロメトキシ基又はジフルオロメトキシ基を表すところの上記1記載の一般式(I)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

3. X^a 及び X^b のうち、少なくとも1個がフッ素原子であるところの上記1又は2記載の一般式(I)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

4. Zがフッ素原子であるところの特徴とする上記1、2又は3記載のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

5. Rが炭素原子数2～7の直鎖状アルキル基を表すところの上記1、2、3又は4記載のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体。

6. 上記1、2、3、4又は5記載の一般式(I)で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体を含む液晶組成物。

7. 上記6記載の液晶組成物を構成要素とする液晶素子。

を前記課題を解決するための手段として見いだした。

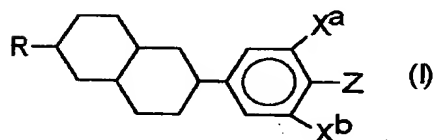
【発明の実施の形態】

以下の本発明の一例について説明する。

本発明は、上記課題を解決するために、一般式(I)

【0016】

【化4】



で表されるフェニルデカヒドロナフタレン誘導体を提供する。

【0017】

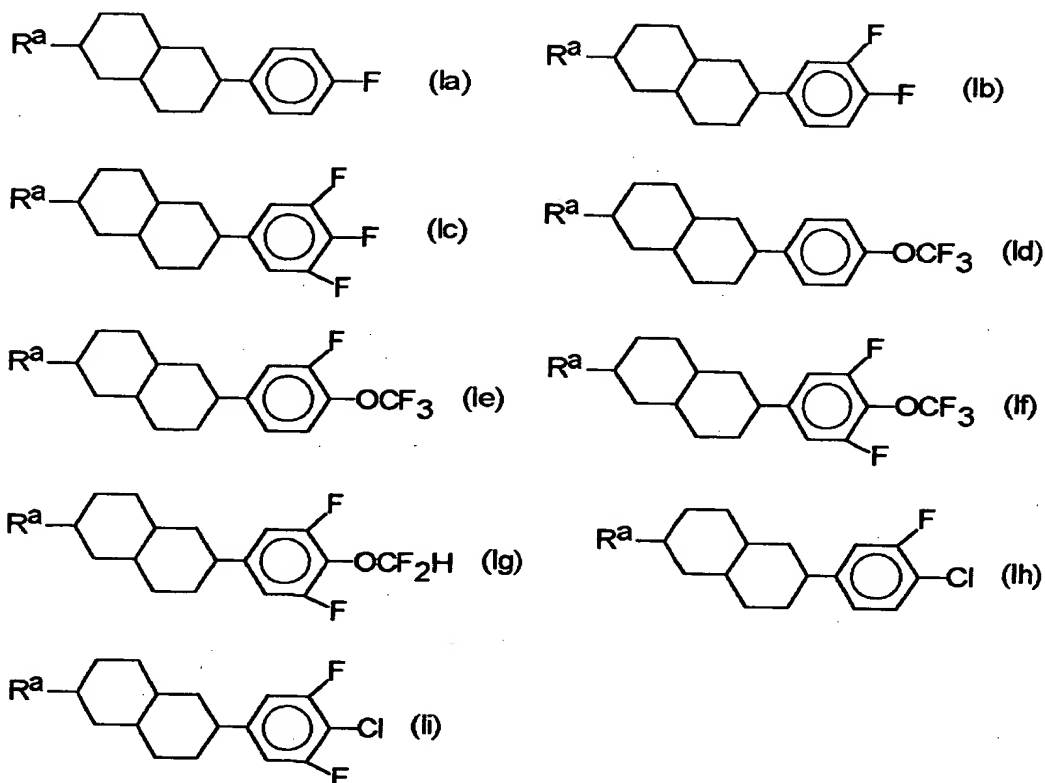
式中、Rは炭素原子数1～18のアルキル基又はアルコキシルアルキル基を表すが、直鎖状アルキル基が好ましく、炭素原子数2～7の直鎖状アルキル基が特に好ましい。X^a及びX^bはそれぞれ独立的に水素原子又はフッ素原子を表すが、誘電率異方性($\Delta\epsilon$)を増大させ閾値電圧(V_{th})の低減効果を高めるためには少なくとも一方はフッ素であることが好ましく、液晶性及び高速応答性を向上させるためにはともに水素原子であることが好ましい。Zは水素原子、フッ素原子、塩素原子、臭素原子あるいはヨウ素原子のハロゲン原子、又は少なくとも1個のフッ素原子により置換された炭素原子数1～12のアルキル基、アルコキシル基、アルケニル基又はアルケニルオキシ基を表すが、フッ素原子、塩素原子、トリフルオロメトキシ基又はジフルオロメトキシ基が好ましく、フッ素原子が特に好ましい。また、デカヒドロナフタレン環はトランス形であり、その2, 6-位はトランス配置である。

【0018】

一般式(I)においては、そのR、Z、X^a及びX^bの選択によって数種の化合物群を包含するけれども、それらの中では一般式(Ia)～(Ii)

【0019】

【化5】



【0020】

(式中、 R^a は炭素原子数2～7の直鎖状アルキル基を表す。)で表される化合物が好ましいものであり、(Ia)、(Ib)、(Ic)及び(I d)が特に好ましい。

【0021】

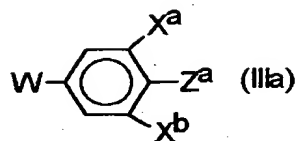
一般式(I)の化合物は以下の工程に基づいて製造することができる。

i) Zがフッ素原子、塩素原子、水素原子又は少なくとも1個のフッ素原子により置換されたアルキル基あるいはアルコキシル基を表す場合

一般式(III a)

【0022】

【化6】

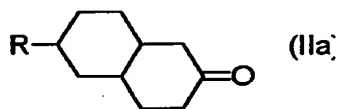


【0023】

(式中、X^a及びX^bは一般式(I)におけると同じ意味を表し、Z^aはフッ素原子、塩素原子、水素原子又は少なくとも1個のフッ素原子により置換されたアルキル基あるいはアルコキシ基を表し、Wは臭素原子又はヨウ素原子を表す。)で表されるハロゲン化ベンゼンから調製されたグリニヤール反応剤あるいはフェニルリチウム反応剤等の有機金属反応剤を一般式(IIIa)

【0024】

【化7】

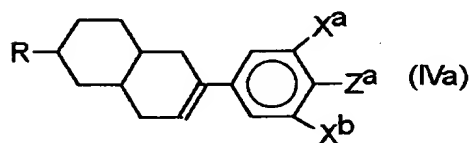


【0025】

(式中、Rは一般式(I)におけると同じ意味を表す。)で表される6-置換トランスデカヒドロナフタレン-2-オン(この化合物はドイツ公開特許3150312号公報に記載された製造方法に基づき製造した。)と反応させ、次いで、酸で脱水させることにより、オクタヒドロナフタレン誘導体(IVa)

【0026】

【化8】



【0027】

(式中、R、X^a、X^b及びZ^aは前述の意味を表す。)を得る。これを接触還元した後、必要に応じてシス/トランスの異性化を行い、トランス体を分離して一

般式 (I) において Z が上述の意味を表す場合の化合物を得る。

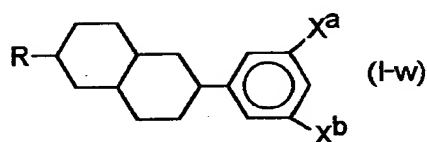
【0028】

i i) Z が臭素原子又はヨウ素原子を表す場合

上記 i) で得た一般式 (I) において、Z が水素原子である化合物 (I-w)

【0029】

【化9】



【0030】

(式中、R、 X^a 及び X^b は前述の意味を表す。)を直接臭素化あるいはヨウ素化するか、あるいは、 X^a 及び X^b がともにフッ素原子である場合にはアルキルリチウムでリチオ化した後、臭素あるいはヨウ素と反応させることにより得ることもできる。

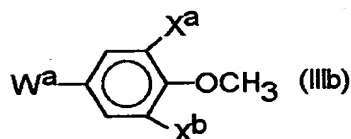
【0031】

i i i) Z が少なくとも1個のフッ素原子により置換されたアルケニルオキシ基の場合

i) において (I I I a) の化合物に換えて、一般式 (I I I b)

【0032】

【化10】

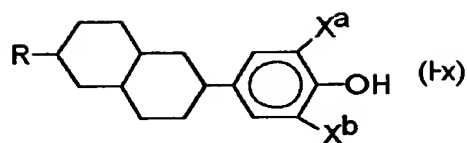


【0033】

(式中、 W^a 、 X^a 及び X^b は前述の意味を表す。)で表されるアニソール誘導体を用いて同様に反応させ、ついで臭化水素酸等により脱メチル化して、一般式 (I) において、Z が $-OH$ に相当する化合物 (I-x)

【0034】

【化 1 1】



【0035】

(式中、R、 X^a 及び X^b は前述の意味を表す。)を得る。これを塩基でアルコールとしてから一般式 (V a)

【0036】

【化 1 2】



【0037】

(式中、 W^b は塩素原子、臭素原子、ヨウ素原子、p-トルエンスルホニル基あるいはトリフルオロメタンスルホニル基等の脱離基を表し、 R^a は少なくとも1個のフッ素原子により置換されたアルケニル基を表す。)であらわされる化合物と反応させることにより得ることができる。

【0038】

あるいは (V a) の化合物に換えて、一般式 (V b)

【0039】

【化 1 3】

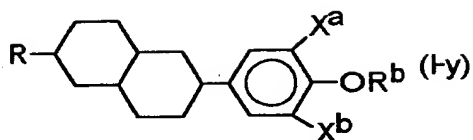


【0040】

(式中、 W^b は前述の意味を表し、 R^b はアルケニル基を表す。)で表される化合物を反応させ、一般式 (I) において、Zがアルケニルオキシ基に相当する化合物 (I-y)

【0041】

【化14】



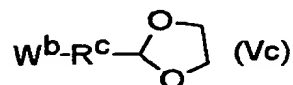
【0042】

(式中、R、X^a、X^b及びR^bは前述の意味を表す。)を得て、次いでこれをフッ素化させてもよい。

あるいは一般式(Va)の化合物に換えて、一般式(Vc)

【0043】

【化15】



(式中、W^bは前述の意味を表し、R^cはフッ素置換されていてもよいアルキレン基を表す。)で表される化合物を反応させ、次いで脱アセタール化して得たアルデヒドに、一般式(VIa)

【0044】

【化16】



【0045】

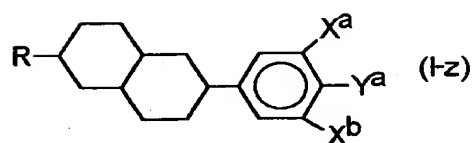
(式中、R^dはフッ素置換されていてもよいアルキル基を表す。)で表されるウィッティヒ反応剤を反応させてもよい。

【0046】

i v) Zが少なくとも1個のフッ素原子により置換されたアルケニル基の場合
i i i)において、(I-x)から調製されたアルコールに換えて、一般式(I)においてZが水素原子、臭素原子あるいはヨウ素原子である化合物から調製された有機金属反応剤(I-z)

【0047】

【化17】



【0048】

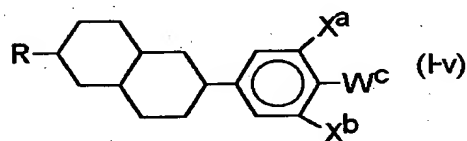
(式中、R、 X^a 及び X^b は前述の意味を表し、 Y^a はMgBr、MgI、Li又は $B(OH)_2$ を表す。)を用いて同様に反応させて得ることができる。

【0049】

あるいは一般式 (I-v)

【0050】

【化18】



【0051】

(式中、R、 X^a 及び X^b は前述の意味を表し、 W^c は臭素原子、ヨウ素原子、p-トルエンスルホニル基あるいはトリフルオロメタンスルホニル基を表し、これらは上記 i i) において、あるいは (I-x) の化合物から容易に得ることができる。) の化合物に、一般式 (Vd)

【0052】

【化19】

R^a-Y^b (Vd)

【0053】

(式中、 R^a は前述の意味を表し、 Y^b はMgBr、MgI、MgCl又はLiを表す。) で表される有機金属反応剤を遷移金属触媒存在下に反応させることにより得ることもできる。ここで遷移金属触媒としてはパラジウム錯体あるいはニッケル錯体が好ましい。

【0054】

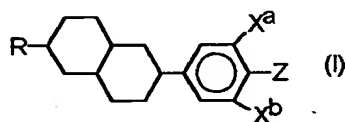
斯くして製造される本発明の代表的な化合物 (I) の具体例をその相転移温度とともに第 1 表にまとめて示す。

【0055】

【表 1】

第 1 表

一般式 (I)



で表される化合物

No.	R		相転移温度 (°C)
I-1	n-C ₃ H ₇		Cr 52 (N 46) I
I-2	n-C ₃ H ₇		油状物
I-3	n-C ₃ H ₇		Cr 46 I
I-4	n-C ₃ H ₇		Cr 47 I

【0056】

(表中、Crは結晶相を、Nはネマチック相を、Iは等方性液体相をそれぞれ示す。()内はその相がモノトロピックであることを示す。)

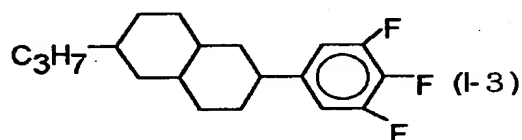
一般式 (I) の化合物を液晶組成物中に添加することにより得られる優れた効果は以下の通りである。

【0057】

第1表中に示された (I-3)

【0058】

【化20】

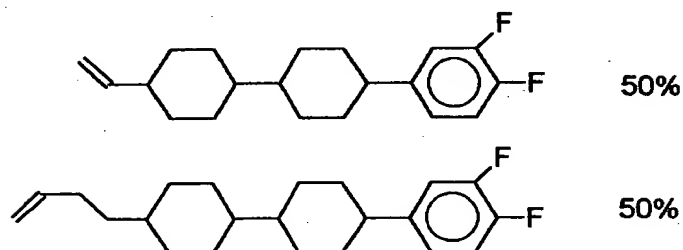


【0059】

の化合物20重量%及びアクティブマトリックス駆動にも使用可能なホスト液晶組成物 (H)

【0060】

【化21】



【0061】

80重量%からなる液晶組成物 (H-3) を調製した。ここで、ホスト液晶 (H) の物性値ならびにそれを用いて作製した液晶素子の電気光学的特性値は以下の通りである。

【0062】

T_{N-I} :	116.7℃
T_{C-N} :	+11℃
閾値電圧 (V_{th}) :	2.14V
誘電率異方性 ($\Delta\epsilon$) :	4.8
応答時間 ($\tau_r = \tau_d$) :	25.3m秒
屈折率異方性 (Δn) :	0.090

ここで、閾値電圧 (V_{th}) 及び応答時間は厚さ6 μm のTNセルに封入して20℃で測定した値であり、応答時間は立ち上がり時間 (τ_r) と立ち下がり時間 (τ_d) が等しくなるような電圧印加時の値である。

【0063】

これに対して、本発明に関わる (H-3) の物性値ならびにそれを用いて同様に作製した液晶素子の電気光学的特性値は以下の通りとなった。

【0064】

T_{N-I} :	88.7℃
T_{C-N} :	13℃
閾値電圧 (V_{th}) :	1.69V
誘電率異方性 ($\Delta\epsilon$) :	5.7
応答時間 ($\tau_r = \tau_d$) :	31.0m秒
屈折率異方性 (Δn) :	0.080

従って、ホスト液晶 (H) に、本発明の (I-3) の化合物を20%添加することにより、そのネマチック相上限温度 (T_{N-I}) の降下を28°に抑えながら、その閾値電圧 (V_{th}) を0.45Vも低減することができた。さらにその応答時間も6m秒以内の増加に抑えることができた。また、冷却して結晶化させ、測定したその融点 (T_{C-N}) は13℃でホスト液晶 (H) とほとんど変化がなく、(I-3) の化合物がホスト液晶によく溶解していることがわかる。また、(H-3) のネマチック相上限温度 (T_{N-I}) から外挿した (I-3) 単独でのネマチック相上限温度は-23℃であった。

【0065】

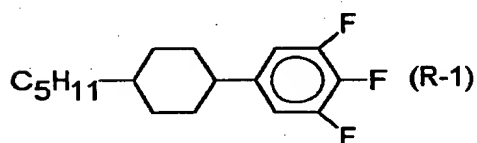
次に、この素子の室温及び80℃における電圧保持率を測定したがいずれも極めて良好でアクティブマトリックス駆動用としても充分使用可能であることがわかった。

【0066】

これに対して、(I-3)におけるトランスデカヒドロナフチレン基がシクロヘキシレン基に置き換わった構造を有するシクロヘキシルベンゼン誘導体(R-1)

【0067】

【化22】



【0068】

20重量%及びホスト液晶(H)80重量%からなる比較の液晶組成物(HR-1)を調製したところ、ネマチック相上限温度(T_{N-I})は70℃と大きく降下した。これから外挿した(R-1)単独でのネマチック相上限温度は-100℃以下であった。従って、(I-3)と比較して液晶性が相当低いことがわかる。

【0069】

この組成物の他の物性値ならびに同様にして作製した素子の電気光学特性値は以下の通りである。

【0070】

閾値電圧(V_{th}) :	1.58V
誘電率異方性($\Delta\epsilon$) :	5.6
応答時間($\tau_r = \tau_d$) :	30.0m秒
屈折率異方性(Δn) :	0.080

従って、本発明に関わる(I-3)の化合物を添加した組成物である(H-3

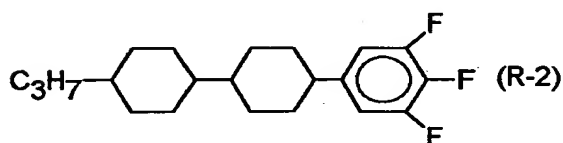
）と比較して、ネマチック相上限温度 (T_{N-I}) が 20° 近くも低下しているにもかかわらず、閾値電圧 (V_{th}) は $0.1V$ 程度しか低減されておらず、応答時間もほとんど変化がないことがわかる。

【0071】

次に、(I-3) と類似の構造を有するが、(I-3) におけるトランスデカヒドロナフチレン基がビシクロヘキサン-4, 4'-ジイル基に置き換わった構造を有するフェニルビシクロヘキサン誘導体 (R-2)

【0072】

【化23】



【0073】

20重量%及びホスト液晶 (H) 80重量%からなる比較の液晶組成物 (HR-2) を調製した。この組成物の物性値ならびに同様にして作製した素子の電気光学特性値は以下の通りである。

【0074】

T_{N-I} :	111.0°C
T_{C-N} :	$+25^{\circ}\text{C}$
閾値電圧 (V_{th}) :	$2.00V$
誘電率異方性 ($\Delta\epsilon$) :	5.9
応答時間 ($\tau_r = \tau_d$) :	37.8ms
屈折率異方性 (Δn) :	0.087

従って、ネマチック相上限温度 (T_{N-I}) はホスト液晶 (H) と同程度と非常に高いが、閾値電圧 (V_{th}) はホスト液晶 (H) より $0.14V$ 程度低減されただにすぎず、本発明に関わる (H-3) と比較してかなり高くなってしまっている。また、応答時間は (H-3) より 7ms 近くも遅くなってしまった。さらに

融点はホスト液晶より 13° も上昇しており、この (R-2) の化合物のホスト液晶に対する溶解性はあまり優れていないことがわかる。

【0075】

以上のように、本発明の (I-3) の化合物は温度範囲が広く、閾値電圧が低く、高速応答が可能な液晶組成物を調製するうえにおいて従来の化合物より優れた効果を有していることがわかる。

【0076】

従って、一般式 (I) の化合物は、他のネマチック液晶化合物との混合物の状態で、TN型あるいはSTN型等の電界効果型表示セル用として、特に温度範囲が広く低電圧駆動が可能な液晶材料として好適に使用することができる。また (I) の化合物は分子内に強い極性基を持たないので、大きい比抵抗と高い電圧保持率を得ることが容易であり、アクティブマトリックス駆動用液晶材料の構成成分として使用することも可能である。本発明はこのように一般式 (I) で表される化合物の少なくとも1種類をその構成成分として含有する液晶組成物、更にはこれを構成要素とする液晶素子をも提供するものである。

【0077】

この組成物中において、一般式 (I) の化合物と混合して使用することのできるネマチック液晶化合物の好ましい代表例としては、例えば、4-置換安息香酸4-置換フェニル、4-置換シクロヘキサンカルボン酸4-置換フェニル、4-置換シクロヘキサンカルボン酸4'-置換ビフェニル、4-(4-置換シクロヘキサンカルボニルオキシ)安息香酸4-置換フェニル、4-(4-置換シクロヘキシル)安息香酸4-置換フェニル、4-(4-置換シクロヘキシル)安息香酸4-置換シクロヘキシル、4,4'-置換ビフェニル、1-(4-置換シクロヘキシル)-4-置換ベンゼン、4,4'-置換ビスシクロヘキサン、1-[2-(4-置換シクロヘキシル)エチル]-4-置換ベンゼン、1-(4-置換シクロヘキシル)-2-(4-置換シクロヘキシル)エタン、4,4"-置換ターフェニル、4-(4-置換シクロヘキシル)-4'-置換ビフェニル、4-[2-(4-置換シクロヘキシル)エチル]-4'-置換ビフェニル、4-(4-置換フェニル)-4'-置換ビスシクロヘキサン、4-[2-(4-置換シクロヘキシ

ル) エチル] - 4' - 置換ビフェニル、4 - [2 - (4 - 置換シクロヘキシル) エチル] シクロヘキシル - 4' - 置換ベンゼン、4 - [2 - (4 - 置換フェニル) エチル] - 4' - 置換ビシクロヘキサン、1 - (4 - 置換フェニルエチニル) - 4 - 置換ベンゼン、1 - (4 - 置換フェニルエチニル) - 4 - (4 - 置換シクロヘキシル) ベンゼン、2 - (4 - 置換フェニル) - 5 - 置換ピリミジン、2 - (4' - 置換ビフェニル) - 5 - 置換ピリミジン及び上記各化合物においてベンゼン環が側方置換基を有する化合物等を挙げることができる。

【0078】

このうちアクティブマトリックス駆動用としては4, 4' - 置換ビフェニル、1 - (4 - 置換シクロヘキシル) - 4 - 置換ベンゼン、4, 4' - 置換ビシクロヘキサン、1 - [2 - (4 - 置換シクロヘキシル) エチル] - 4 - 置換ベンゼン、1 - (4 - 置換シクロヘキシル) - 2 - (4 - 置換シクロヘキシル) エタン、4, 4' - 置換ターフェニル、4 - (4 - 置換シクロヘキシル) - 4' - 置換ビフェニル、4 - [2 - (4 - 置換シクロヘキシル) エチル] - 4' - 置換ビフェニル、4 - (4 - 置換フェニル) - 4' - 置換ビシクロヘキサン、4 - [2 - (4 - 置換シクロヘキシル) エチル] - 4' - 置換ビフェニル、4 - [2 - (4 - 置換シクロヘキシル) エチル] シクロヘキシル - 4' - 置換ベンゼン、4 - [2 - (4 - 置換フェニル) エチル] - 4' - 置換ビシクロヘキサン、1 - (4 - 置換フェニルエチニル) - 4 - 置換ベンゼン、1 - (4 - 置換フェニルエチニル) - 4 - (4 - 置換シクロヘキシル) ベンゼン及び上記においてベンゼン環がフッ素置換されている化合物が適している。

【0079】

【実施例】

以下に本発明の実施例を示し、本発明を更に説明する。しかしながら、本発明はこれらの実施例に限定されるものではない。

化合物の構造は、核磁気共鳴スペクトル (NMR)、質量スペクトル (MS) 及び赤外吸収スペクトル (IR) により確認した。組成物の「%」は「重量%」を表す。

【0080】

(参考例) 6-プロピルトランスデカヒドロナフタレン-2-オンの合成

(1-a) 6-プロピル-4, 4a, 5, 6, 7, 8-ヘキサヒドロ-3H-ナフタレン-2-オンの合成

4-プロピルシクロヘキサノン50g及びピロリジン46.2gをトルエン250mLに溶解し、6時間攪拌しながら、加熱し共沸してくる水を除いた。トルエンと共沸し、過剰量のピロリジンを除去し1-(4-プロピル-シクロヘキサ-1-エン-1-ニル)-ピロリジンを得た。このまま室温まで冷却し、トルエンを再び250mL加えた。水浴により冷却し、25℃以下でメチルビニルケトン25.2gを1時間かけ滴下し加えた。滴下終了後、直ちに加熱し20時間還流した。室温まで冷却し、酢酸ナトリウム14.4g、酢酸28.4mL、水28.4mLにより調製したpH5の緩衝液を加え、さらに4時間還流した。室温まで冷却後、有機層を分離し、水、飽和食塩水で洗滌した。無水硫酸ナトリウムで乾燥し、溶媒を溜去し、蒸留(b.p. = 109℃、0.02mbar)し、6-プロピル-4, 4a, 5, 6, 7, 8-ヘキサヒドロ-3H-ナフタレン-2-オンを35.6g得た。

【0081】

IR (neat) 1676, 1622 cm^{-1}

^1H NMR (アセトン- d_6) δ 5.7 (s, 1H), 2.2-1.6 (m, 12H), 1.4-1.2 (m, 4H), 0.9 (t, 3H)

^{12}C NMR (アセトン- d_6) δ 199, 168, 125, 42-30, 21, 15

MS m/z 192, 164, 149, 135, 121, 107, 94, 79, 66, 55

【0082】

(1-b) 6-プロピルトランスデカヒドロナフタレン-2-オンの合成

-50℃に冷却した液体アンモニア300mLに2.4gの金属リチウムを加えた。ここへ(1-a)で得られた6-プロピル-4, 4a, 5, 6, 7, 8-ヘキサヒドロ-3H-ナフタレン-2-オン21g及びt-ブタノール16gをジエチルエーテル80mLに溶解し-33℃で滴下した。さらに30分間攪拌し

た後、塩化アンモニウムを26g加え、反応を停止した。徐々に昇温しアンモニアを蒸発させ、水200mL及びトルエン300mLを加え、有機層を分離し、水、飽和食塩水で洗滌した。無水硫酸ナトリウムで乾燥し、溶媒を溜去し、蒸留(b.p. = 85°C、0.008mbar)し、6-プロピルトランスデカヒドロナフタレン-2-オンを17.4g得た。

【0083】

IR (neat) 1719 cm⁻¹

¹H NMR (アセトン-d₆) δ 2.7 (s, 1H), 2.4-1.1 (m, 12H), 1.4-1.0 (m, 4H), 0.9 (t, 3H)

¹²C NMR (アセトン-d₆) δ 199, 168, 125, 42-30, 21, 15

MS m/z 192, 164, 149, 135, 121, 107, 94, 79, 66, 55

【0084】

同様にして以下の化合物を得る。

【0085】

6-メチルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン

6-エチルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン

6-ブチルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン

6-ペンチルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン

6-ヘキシルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン

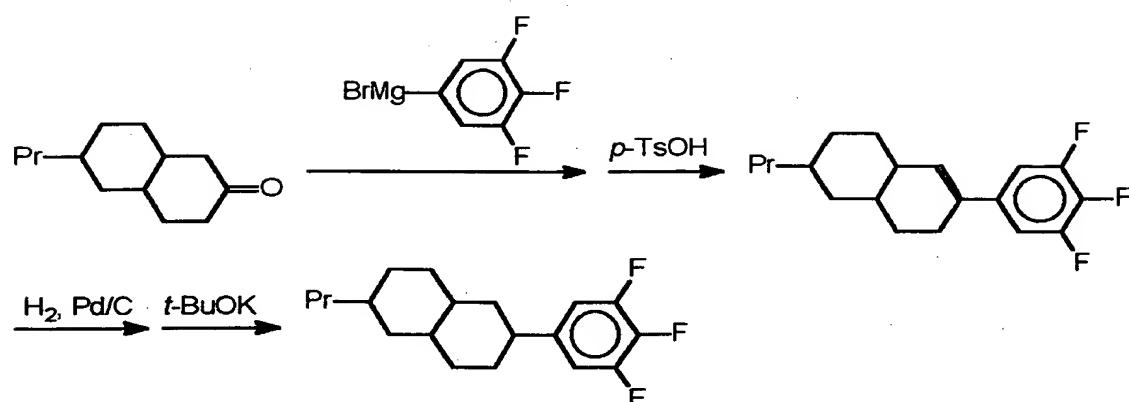
6-ヘプチルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン

【0086】

(実施例1) トランス-6-プロピルトランス-2-(3,4,5-トリフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン(第1表中の(I-3)の化合物)の合成

【0087】

【化24】



【0088】

マグネシウム 3.6 g を THF 3.5 mL に懸濁し、1-ブromo-3,4,5-トリフルオロベンゼン 25.8 g の THF 110 mL 溶液を THF が穏やかに還流する速さで約 30 分かけて滴下した。さらに 1 時間攪拌後、上記参考例で得た 6-プロピルトランスデカヒドロナフタレン-2-オン 20 g の THF 86 mL 溶液を 30 分間かけ滴下した。さらに 2 時間攪拌後、10% 塩酸 50 mL を加えた。ヘキサン 100 mL を加え、有機層を分離し、水層はヘキサン 100 mL で抽出し有機層を併せた。水、飽和重曹水、飽和食塩水で洗滌し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を溜去し、トルエン 100 mL と p-トルエンスルホン酸 1 水和物 2.0 g を加え、溜出する水分を分離除去しながら 110℃ で加熱攪拌した。水の溜出がなくなったら、室温に戻し、水 50 mL を加え、有機層を分離した。有機層を飽和重曹水、水、飽和食塩水で洗滌し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を溜去し全量を酢酸エチル 200 mL に溶解し、5% パラジウム/炭素 (含水) 2.5 g を加え、オートクレーブ中、水素圧 4 kg/cm² 下で攪拌した。室温で 5 時間攪拌後、触媒をセライト濾過により除き、溶媒を溜去してトランス-6-プロピル-2-(3,4,5-トリフルオロフェニル)トランスデカヒドロナフタレンのトランス/シス混合物を得た。この全量を N,N-ジメチルホルムアミド (DMF) 55 mL に溶解し、t-ブトキシカリウム 1 g を加え、70℃ で 5 時間攪拌した。室温まで冷却した後、水 100 mL を加え、ヘキサン 100 mL で 2 回抽出した。有機層を併せ、稀塩酸、飽和重曹水、水、飽和食塩水で洗滌し、無水硫酸ナトリウムで乾燥した。溶媒を溜去し、シリカゲルカラムクロマトグラフィー (ヘキサン) で精製し、さらにエタノールから 2 回再

結晶させて、トランス-6-プロピル-トランス-2-(3,4,5-トリフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレンの白色結晶5gを得た。

【0089】

IR (neat) 1615, 1530 cm^{-1}

^1H NMR (アセトン- d_6) δ 7.4-6.8 (m, 2H), 2.5-2.8 (m, 4H), 1.9-0.7 (m, 18H)

^{12}C NMR (アセトン- d_6) δ 154, 150, 140, 137, 146, 112, 43-34, 21, 15

MS m/z 310, 267, 247, 225, 211, 197, 185, 171, 158, 145, 135, 123, 109, 95, 81, 67, 55

【0090】

同様にして以下の化合物を得る。

【0091】

トランス-2-メチル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン (第1表中の(I-1)の化合物)

トランス-2-ブチル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(4-フルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン (第1表中の(I-2)の化合物)

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3,4-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3,4,5-トリフルオロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3,4,5-トリフルオロフェニル)

) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3, 4, 5-トリフルオロフェニル

) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3, 4, 5-トリフルオロフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3, 4, 5-トリフルオロフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3, 4, 5-トリフルオロフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン (第1表中の(I-4)の化合物)

トランス-2-ブチル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(4-トリフルオロメトキシフェニル

ル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル) -トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-トリフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-ジフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-ジフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-ジフルオロメトキシフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3, 5-ジフルオロ-4-ジフルオ

ロメトキシフェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-ジフル
オロメトキシフェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-ジフル
オロメトキシフェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-ジフル
オロメトキシフェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニル
) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニル
) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニ
ル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニル
) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニ
ル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニ
ル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3-フルオロ-4-クロロフェニ
ル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-メチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロフ
ェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-エチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロフ
ェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-プロピル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロ
フェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ブチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロフ
ェニル) - トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ペンチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘキシル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

トランス-2-ヘプチル-トランス-6-(3,5-ジフルオロ-4-クロロフェニル)-トランス-デカヒドロナフタレン

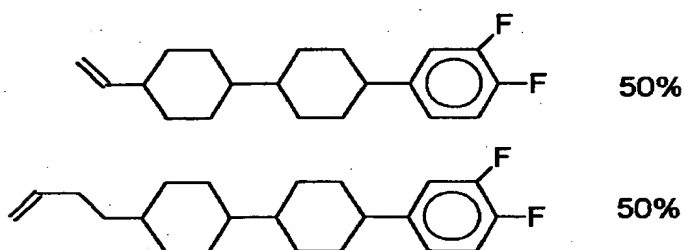
【0092】

(実施例2) 液晶組成物の調製

アクティブマトリックス駆動にも使用可能な汎用のホスト液晶 (H)

【0093】

【化25】



【0094】

を調製した。このホスト液晶 (H) は 116.7℃以下でネマチック相を示し、その融点は 11℃である。この組成物の物性値ならびに、これを用いて作製した TNセル (セル厚 6 μm) の閾値電圧 (V_{th}) の 20℃における測定値は以下の通りであった。

【0095】

閾値電圧 (V_{th}) : 2.14 V

誘電率異方性 ($\Delta \epsilon$) : 4.8

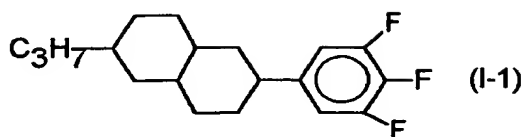
屈折率異方性 (Δn) : 0.090

次に、このホスト液晶 (H) の 80%及び実施例1で得た本発明の化合物であ

る (I-3)

【0096】

【化26】



【0097】

20%からなる液晶組成物 (H-1) を調製したところ、ネマチック相上限温度は88.7℃でホスト液晶 (H) より若干低くなった。この組成物は0℃で1ヶ月以上放置しても結晶の析出や相分離は観察されず、本発明の (I-1) の化合物は汎用の液晶との相溶性にも優れていることがわかる。次に、-60℃に冷却して結晶化させその融点を測定したところ、+13℃でホスト液晶 (H) とほぼ同程度であった。次に、この組成物を用いて同様に液晶素子を作製しその特性値を測定したところ、以下の通りであった。

【0098】

T_{N-I} :	88.7℃
T_{C-N} :	13℃
閾値電圧 (V_{th}):	1.69V
誘電率異方性 ($\Delta\epsilon$):	5.7
応答時間 ($\tau_r = \tau_d$):	31.0m秒
屈折率異方性 (Δn):	0.080

従って、ホスト液晶 (H) に、本発明の (I-3) の化合物を20%添加することにより、そのネマチック相上限温度 (T_{N-I}) の降下を28°に抑えながら、その閾値電圧 (V_{th}) を0.45Vも低減することができた。さらにその応答時間も6m秒以内の増加に抑えることができた。また、冷却して結晶化させ、測定したその融点 (T_{C-N}) は13℃でホスト液晶 (H) とほとんど変化がなく、(I-3) がホスト液晶によく溶解していることがわかる。また、(H-3) のネマチック相上限温度 (T_{N-I}) から外挿した (I-3) 単独でのネマチック相上限温度は-23℃であった。

【0099】

次に、この素子の室温及び80℃における電圧保持率を測定したがいずれも極めて良好でアクティブマトリックス駆動用としても充分使用可能であることがわかった。

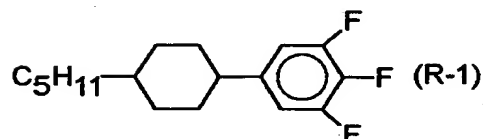
【0100】

(比較例1)

実施例2において、(I-3)に換えて、シクロヘキシルベンゼン誘導体(R-1)

【0101】

【化27】



20%及びホスト液晶(H)80%からなる比較の液晶組成物(HR-1)を調製した。この組成物のネマチック相上限温度(T_{N-I})は70℃と大きく低下した。これから外挿した(R-1)単独でのネマチック相上限温度は-100℃以下であった。従って、(I-3)と比較して液晶性が相当低いことがわかる。

【0102】

この組成物の他の物性値ならびに同様にして作製した素子の電気光学特性値は以下の通りである。

【0103】

閾値電圧 (V_{th}) :	1.58V
誘電率異方性 ($\Delta\epsilon$) :	5.6
応答時間 ($\tau_r = \tau_d$) :	30.0ms
屈折率異方性 (Δn) :	0.080

従って、本発明に関わる(I-3)の化合物を添加した組成物である(H-3

）と比較して、ネマチック相上限温度 (T_{N-I}) が 20° 近くも低下しているにもかかわらず、閾値電圧 (V_{th}) は $0.1V$ 程度しか低減されておらず、応答時間もほとんど変化がないことがわかる。

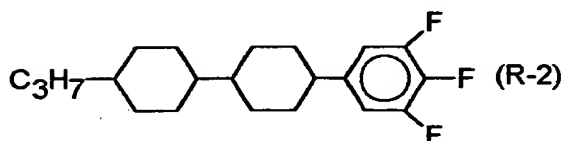
【0104】

(比較例 2)

実施例 2 において、(I-3) の化合物に換えて、(I-3) におけるトランスデカヒドロナフチレン基がビスクロヘキサン-4, 4'-ジイル基に置き換わった構造を有するフェニルビスクロヘキサン誘導体 (R-2)

【0105】

【化 28】



20% 及びホスト液晶 (H) 80% からなる比較の液晶組成物 (HR-2) を調製した。この組成物の物性値ならびに同様にして作製した素子の電気光学特性値は以下の通りである。

【0106】

T_{N-I} :	111.0 $^{\circ}C$
T_{C-N} :	+25 $^{\circ}C$
閾値電圧 (V_{th}) :	2.00V
誘電率異方性 ($\Delta\epsilon$) :	5.9
応答時間 ($\tau_r = \tau_d$) :	37.8ms
屈折率異方性 (Δn) :	0.087

従って、ネマチック相上限温度 (T_{N-I}) はホスト液晶 (H) と同程度と非常に高いが、閾値電圧 (V_{th}) はホスト液晶 (H) より $0.14V$ 程度低減されたにすぎず、(H-3) よりかなり高くなってしまっている。また、応答時間は

(H-3) より7m秒近くも遅くなってしまった。さらに融点はホスト液晶より13°も上昇しており、この(R-2)の化合物のホスト液晶に対する溶解性はあまり優れていないことがわかる。

【0107】

以上のように、本発明の(I-3)の化合物は温度範囲が広く、閾値電圧が低く、高速応答が可能な液晶組成物を調製するうえにおいて従来の化合物より優れた効果を有していることがわかる。

【0108】

従って、一般式(I)の化合物は、他のネマチック液晶化合物との混合物の状態で、TN型あるいはSTN型等の電界効果型表示セル用として、特に温度範囲が広く低電圧駆動が可能な液晶材料として好適に使用することができる。また(I)の化合物は分子内に強い極性基を持たないので、大きい比抵抗と高い電圧保持率を得ることが容易であり、アクティブマトリックス駆動用液晶材料の構成成分として使用することも可能である。本発明はこのように一般式(I)で表される化合物の少なくとも1種類をその構成成分として含有する液晶組成物、及びこれを用いた液晶素子をも提供するものである。

【0109】

【発明の効果】

本発明により提供されるフェニルナフタレン誘導体は、液晶性及び現在汎用の液晶化合物あるいは組成物との相溶性に優れる。また、その添加により、応答性をほとんど悪化させずに閾値電圧を大きく低減させることが可能である。また分子内に強い極性の基を含まないため、アクティブマトリックス駆動用としても使用可能である。さらに、実施例にも示したように工業的にも製造が容易であり、無色で化学的にも安定である。従って、これを含有する液晶組成物は実用的液晶として、特に温度範囲が広く低電圧駆動と高速応答を必要とする液晶表示用として極めて有用である。

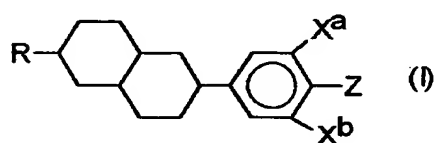
【書類名】 要約書

【要約】

【課題】 2環性のシクロヘキサン誘導体と比較して、ネマチック液晶性に優れ、3環性のシクロヘキサン誘導体よりも応答性、相溶性に優れたフッ素系のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体である液晶性化合物を提供し、さらにこれを用いて、広いネマチック相温度範囲と低電圧駆動性を有し、かつアクティブマトリックス駆動用としても使用可能な液晶組成物を提供する。

【解決手段】 一般式 (I)

【化 1】



(R : C数1～18のアルキル又はアルコキシアルキル、 X^a 、 X^b : H原子、F原子、Z : F原子、Cl原子、Br原子又はI原子等) のフェニルデカヒドロナフタレン誘導体、これを含む液晶組成物及びそれを用いた液晶素子。

【選択図】 なし

【書類名】 職権訂正データ
【訂正書類】 特許願

<認定情報・付加情報>

【提出日】 平成10年 8月24日

【特許出願人】

【識別番号】 000002886

【住所又は居所】 東京都板橋区坂下 3 丁目 3 5 番 5 8 号

【氏名又は名称】 大日本インキ化学工業株式会社

【代理人】 申請人

【識別番号】 100088764

【住所又は居所】 東京都中央区日本橋 3 丁目 7 番 2 0 号 大日本イン
キ化学工業株式会社内

【氏名又は名称】 高橋 勝利

出 願 人 履 歴 情 報

識別番号 [000002886]

1. 変更年月日	1990年 8月17日
[変更理由]	新規登録
住 所	東京都板橋区坂下3丁目35番58号
氏 名	大日本インキ化学工業株式会社

THIS PAGE BLANK (USPTO)